

SULFENYLTHIADIAZOLE DERIVATIVE AND THIADIAZOLE THIOESTER DERIVATIVE

Patent Number: JP11043485
Publication date: 1999-02-16
Inventor(s): HARUFUJI TATSUJI;; SAITO SHINICHI;; OKABE EIJI;; SAITO
Applicant(s): CHISSO CORP
Requested Patent: ☐ JP11043485
Application: JP19970217158 19970728
Priority Number(s):
IPC Classification: C07D285/125; C09K19/34; G02F1/13
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a new compound that has a negative dielectric constant and can be suitably used in a liquid crystal display, particularly applicable to ferroelectric liquid crystal display element.

SOLUTION: This new compound is represented by formula I [R1 and R2 are each a 3-15C alkyl, an alkoxy; X is -CH₂-, -CO-; A1 -A4 are each a single bond, (one or more H atoms on the ring are substituted with a halogen or cyano and one or more -CH= in the ring are substituted with N) 1,4-phenylene], typically 2-(4-n-heptylphenyl)-5-(m-octylthio)-1,3,4-thiadiazole. The compound of the formula I is prepared by esterifying a carboxylic acid of formula II with a lower alcohol, allowing a hydrazine hydrate to react with the resultant ester to convert to a compound of formula III, then allowing carbon disulfide to react with the compound of formula III in the presence of a base, and thioetherifying the resultant compound of formula IV with an alkylating agent in the presence of a base to give the objective compound of formula V.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-43485

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月16日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 7 D 285/125

C 0 7 D 285/12

D

C 0 9 K 19/34

C 0 9 K 19/34

G 0 2 F 1/13

5 0 0

G 0 2 F 1/13

5 0 0

審査請求 未請求 請求項の数 3 F D (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平9-217158

(22) 出願日 平成9年(1997) 7月28日

(71) 出願人 000002071

チッソ株式会社

大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号

(72) 発明者 春藤 龍士

千葉県市原市辰巳台東2丁目17番地

(72) 発明者 斉藤 伸一

千葉県市原市中288番地31

(72) 発明者 岡部 英二

千葉県市原市辰巳台東3丁目27番地の2

(72) 発明者 斉藤 秀雄

千葉県市原市飯沼195番地の6

(74) 代理人 弁理士 野中 克彦

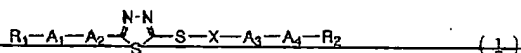
(54) 【発明の名称】 スルフェニルチアジアゾール誘導体およびチアジアゾールチオエステル誘導体

(57) 【要約】

【課題】 実用性を満足する τ -V_{min} を利用した表示素子に適した液晶材料の提供。

【解決手段】 一般式(1)

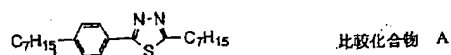
【化1】



で表される化合物(但し、(1)式においてR₁、R₂は特定のアシル基等を、Xは-CH₂-等を、A₁~A₄は各独立して単結合、特定の1,4-フェニレン基等を示す)

【効果】 一般式(1)の化合物は、比較化合物A

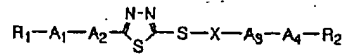
【化2】



と対比して、Sc相の上限温度が約10℃低下するが高次の液晶相が発現せず、強誘電性液晶表示における応答の遅れがない。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)



(1)

(但し、(1)式において、 R_1 、 R_2 は炭素数3～15のアルキル基またはアルコキシ基を示し、 X は $-CH_2-$ または $-CO-$ を示す。 A_1 、 A_2 、 A_3 および A_4 は独立して、それぞれ単結合、1, 4-フェニレン基(1個または2個以上の環上の水素原子は、それぞれ独立にハロゲン原子、シアノ基で置換されていてもよく、1個または2個以上の環中に存在する $-CH=$ は、 N で置換されていてもよい。)あるいは1, 4-シクロヘキシレン基(1個および隣接していない2個の環中に存在する $-CH_2-$ は $-O-$ または $-S-$ で置換されていてもよい。)で表わされる化合物。

【請求項2】 請求項第1項記載の化合物を1種以上含有することを特徴とする液晶組成物。

【請求項3】 請求項第1項記載の化合物を1種以上含有することを特徴とする液晶組成物を用いて構成された液晶表示素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、液晶表示素子、特に強誘電性液晶表示素子に好適に使用できる、新規な液晶性化合物、およびそれらを含む液晶組成物、特に強誘電性液晶組成物ならびにそれを用いた液晶表示素子に関する。

【0002】

【従来の技術】現在、液晶表示素子は広汎に使用されるに至っている。それらのうち、低品位の表示素子としては、TN(捻れネマチック)型表示方式が最も広く使用されている。このTN表示は低駆動電圧、低消費電力などの利点を多く備えている。しかしながら応答速度に関しては、陰極管、エレクトロルミネッセンス、プラズマディスプレイ等の発光型の表示素子に著しく劣っている。捻れ角を $180^\circ \sim 270^\circ$ にした新しいタイプのTN表示素子、いわゆるSTN表示素子が開発されて、液晶表示の表示容量は飛躍的に増大したが、その応答速度に関してはやはり限界がある。また、最近ではTN表示素子の各画素にスイッチ素子を備え付けた表示素子が、市場に登場している。その多くは、薄膜トランジスタ素子(Thin Film Transistor、略称してTFT型と呼ばれる。)であり、高密度、大容量かつフルカラーの液晶素子として、市場の多くを占めるようになってきた。しかし、この方式は視野角依存性が大きいので、個人向け端末には好適であるが、多くの人がいっしょに見るような表示には向いていない。この欠点を補う目的で、視野角特性に優れたインプレインスイッチング駆動(略してIPS駆動と呼ばれ

【化1】

ている)表示が開発されている。これらの改善が行われているにも拘わらず、一般的にTFT表示は画面サイズと生産コストに難点があげられている。TFTは半導体技術を用いているため、画面サイズが二十数インチサイズが限界であり、また同様に、時分割能も1000ライン程度が限界である、といわれている。本発明の主題である強誘電性液晶表示は、上記TFT素子が実現できない、二十数インチサイズ以上の大画面と生産コストの低減の両者の実現の可能性を秘めている。(クラーク; アプライド フィジックス レター (Applied Phys. Lett.,) 36, 899 (1980))。その理由は、強誘電性液晶素子が原理的に以下の特徴を有するからである。

1. 高速応答性
2. メモリー性
3. 広視野角

この表示方式は、強誘電性を示すカイラルスメクチックC相(以下Sc*相と略記する)等のカイラルスメクチック相を利用し、界面の規制力によって、2値を表示するので、表面安定化強誘電性液晶表示(SSFLC)と呼ばれている。家電メーカーや材料メーカーによって、この方式の製品化が取り組まれており、特性の改良や商品化が行われている。上記の特徴がSSFLCの大容量表示への可能性を示唆しており、SSFLCを非常に魅力あるものにしていく。

【0003】しかし、研究が進むにつれて、解決しなければならない問題が明らかにされてきた。これらの問題の中でも、メモリーの安定した発現が第一の課題である。メモリーの安定的な発現の困難さは、スメクチック層構造が一樣ではないこと(例えば、捻れ配列、シェvron構造の存在等)、自発分極の大きさに起因すると考えられ内部逆電界の発生等が考えられている。安定したメモリー性を発現させるための手段の1つとして、負の誘電率異方性($\Delta\epsilon < 0$ 、 $\Delta\epsilon$ は誘電率異方性を表わす)を有する強誘電性液晶組成物を用いる方法が提案された(Le ビーサント等 パリ・リキッド・クリスタル・コンファレンス(Paris Liquid Crystal Conference)、p. 217 (1984年))。この方法はACスタビライズ効果と呼ばれている。 $\Delta\epsilon$ が負の液晶分子は、水平配向処理したセル中で電界を印加すると、誘電率の関係から、基板に対して平行の状態(分子長軸が電界の方向に対して垂直)になる。しかし、低周波電界を印加した場合は、自発分極が電界に応答し得る範囲では、電界の方向が反転すると液晶分子もそれに伴い、もう一方の安定状態に変化

し、基板に対して平行のもう一つの状態になる。他方、高周波電界を印加した場合には、自発分極が電界の反転に追従不可能な範囲では、 $\Delta\epsilon$ のみが働き、電界の方向が反転しても液晶分子の変化はおきず、そのまま基板に対して平行な元の状態にとどまる。これが、ACスタビライズ効果を利用したメモリー性の発現メカニズムである。この方式は、両方の安定状態が、バイアスによる影響を受けないので、光漏れが起こらない。よって高いコントラストが得られる事になる。この例はジュアリー等によって報告されている(SID '85 ダイジェスト p. 128 (1985年))。

【0004】負の誘電率異方性を有する強誘電性液晶材料は、さらに別の特異な性質を持つことが知られている。それは、メモリー反転可能なパルス幅(τ)が印加電圧に対して極小値(V_{min})を持つことである。この性質を利用して、クロストークのないコントラストの高い表示素子を実現している(フェロエレクトリクス第122巻 p. 63 (1991年))。負の $\Delta\epsilon$ を利用した強誘電性液晶材料が実際に使用されるためには、多くの特性が要求されるが、その要求に対して現状では単一化合物では答えられないので、材料は混合物の形で提供されている。

【0005】一般に、組成物は液晶化合物あるいは非液晶化合物からでも構成できる。強誘電性液晶組成物は強誘電性液晶化合物のみから構成する方法、非カイラルなスメクチックC、F、G、H、I等の傾いたスメクチック相(以下、Sc等の相と略記する)を呈する化合物及び組成物を基本物質として、1種以上の強誘電性液晶化合物あるいは非液晶の光学活性化合物を混合することにより、全体を強誘電性液晶相を呈する組成物となし得る方法がある。以上の様に負の誘電率異方性を有する強誘電性液晶材料は、ACスタビライズ効果および τ - V_{min} を利用した表示素子に応用できるので、新しい液晶材料への要求が強く存在する。

【0006】負の誘電率異方性を示す強誘電性液晶化合物としては、例えば、特開平6-157371、特開平6-330041などのように2,3-ジフルオロベンゼン骨格

【0007】

【化2】



【0008】を持つもの、あるいは、特開平2-275868などのようにチアジアゾール環

【0009】

【化3】



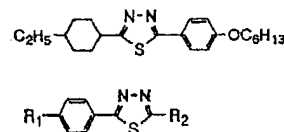
【0010】を含む液晶化合物が既に知られている。

【0011】本発明の構成要素であるチアジアゾール環

を有する液晶性化合物としては、例えば、J. Prakt. Chemie., 322巻、933ページ(1980)、DD 247221A1、およびDD 247694A1に開示されている。J. Prakt. Chemie. には、以下の化合物が開示されている。

【0012】

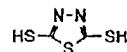
【化4】



【0013】上記がSc相を呈する化合物として開示されている。これらの化合物を使用した組成物として、例えばWO88/8019等があげられる。また、別にチアジアゾール環を有する液晶化合物として特開平2-270869等がある。化学構造的に、チアジアゾールの2位または5位にイオウ原子が結合したものの、最も単純な物は、ビスムチオール

【0014】

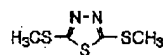
【化5】



【0015】である。この化合物のチオエーテル化物の1例は、2,5-ジ(メチルチオ)チアジアゾール

【0016】

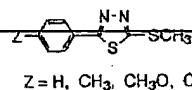
【化6】



【0017】である。このように、2-アルキルチオチアジアゾール構造自身は新規な構造ではない。2位または5位の方に直接環構造の結合した化合物は既知である。

【0018】

【化7】



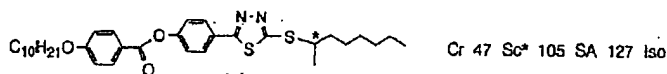
Z = H, CH₃, CH₃O, Cl

【0019】(Bull. Soc. Chim. Fr., 131, 424ページ, 1994年)

しかしこれらの化合物は融点が知られているのみであり、液晶性の考察等については全く触れられておらず、液晶構造への適応が可能か否か全く想像できない。これらの類縁体が液晶性を示すか否か、また示した場合の液晶相の種類等は全くの未知である。ちなみにこれらの化合物の開発の目的は、電荷移動錯体である。また、下記の化合物も既知である。

【0020】

【化8】



【0021】(Adv. Mater. 7, No.2)

この化合物は液晶性、特に強誘電性液晶性を示すので、第2次高調波発生(SHG: Second Harmonic Generation)特性が詳細に調べられている。強誘電性液晶の特徴のひとつである高速応答性の観点から、コア構造中のエステル結合基の存在は好ましくない。なぜなら、エステル結合の存在は、化合物の粘性を増大させるので、応答速度の低下につながるからである。また、既に述べた様に強誘電性液晶組成物を構成する方法には、構成成分のほとんどを複数の強誘電性液晶化合物から構成する方法、およびSc等の基本物質に光学活性化合物を添加する方法がある。τ-V_{min}を目的とした液晶組成物では、その特性、特に誘電率異方性、粘度等の特性が重要である。この観点から、構成成分のほとんどを複数の強誘電性液晶化合物から構成する方法は、τ-V_{min}用の液晶組成物を構成方法としては好ましくない。なぜなら、誘電異方性、粘度等の制御が容易でなくなるからである。更に加えて、光学活性に起因する、ネマチック相およびSc*相でのピッチの

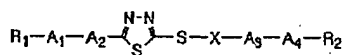
制御等の複雑で困難な問題が、起こってくるからである。従って、Sc等の基本物質に光学活性化合物を添加する方法が適切であるとの結論に達する。そこで重要になるのが、Sc等の基本物質の特性である。このようなことから、上記の既知化合物はSc等の基本物質の特性については、全く触れておらず、また本発明の化合物の構造についての示唆も全く行っていない。

【0022】

【発明が解決しようとする課題】いまだ実用性を満足するτ-V_{min}を利用した表示素子に適した液晶材料は得られていない。そこで、本発明者らは、チアジアゾール環と隣り合うどちらか一方の基が-SCH₂-結合あるいは-S-CO-結合を介して結合されていることを特徴とする液晶化合物の探索を行った。その結果、本発明の化合物が負の誘電率異方性をもつ強誘電性液晶化合物であることを見出し、本発明の完成にいたった。すなわち本発明は、一般式(1)

【0023】

【化9】



(1)

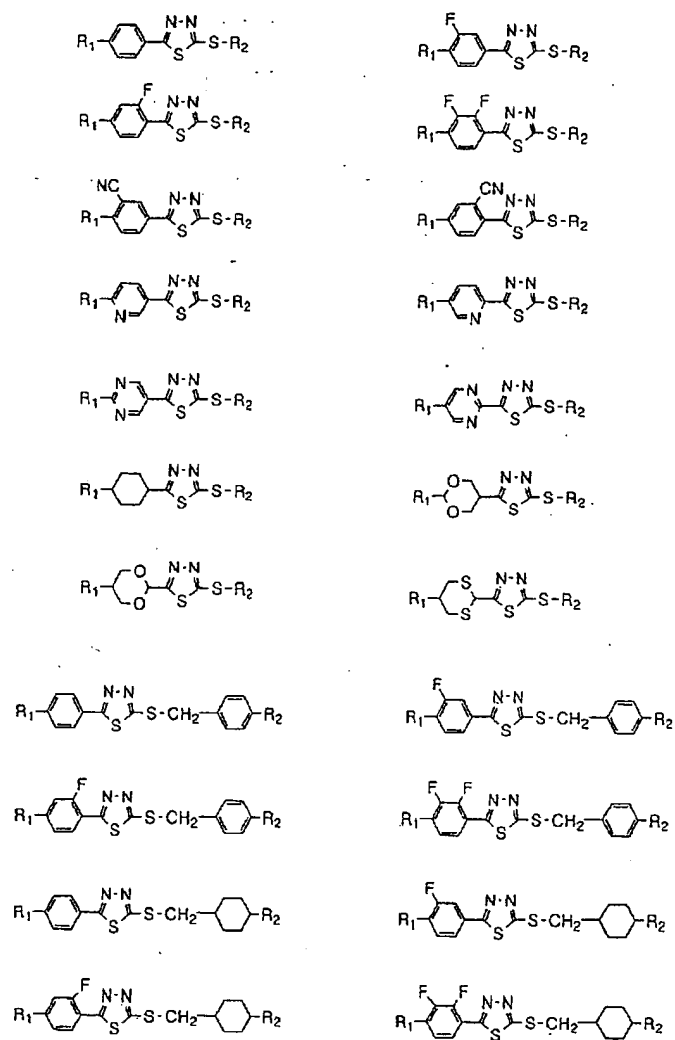
【0024】(但し、(1)式において、R₁、R₂は炭素数3~15のアルキル基またはアルコキシ基を示し、Xは、単結合、-CH₂-または-CO-を示す。A₁、A₂、A₃およびA₄は独立して、それぞれ単結合、1,4-フェニレン基(1個または2個以上の環上の水素原子は、それぞれ独立にハロゲン原子、シアノ基で置換されていてもよく、1個または2個以上の環中に存在する-CH=は、Nで置換されていてもよい。)あるいは1,4-シクロヘキシレン基(1個および隣接していない2個の環中に存在する-CH₂-は-O-または-S-で置換されていてもよい。)で表わされる化合物、およびそれを用いた液晶組成物並びに液晶表示素子である。(1)式のR₁、R₂は炭素数3~15のアルキル基またはアルコキシ基であるが、より好ましくは、炭素数3~12のアルキル基またはアルコキシ基である。Xは、-CH₂-または-CO-を示すが、より好ましくは-CH₂-である。環A₁、A₂、A₃、A₄は、それぞれ独立して、単結合、1,4-フェニレン基(1個または2個以上の環上の水素原子は、それぞれ独立にハロゲン原子、シアノ基で置換されていてもよく、1個または2個以上の環中に存

在する-CH=は、Nで置換されていてもよい。)で代表される次文に示されて8種の基、あるいは1,4-シクロヘキシレン基(1個および隣接していない2個の環中に存在する-CH₂-は-O-または-S-で置換されていてもよい。)で代表される下記の文に示される4種の基で示される。より具体的に述べると、1,4-フェニレン基で代表される物は、1,4-フェニレンおよび、2,5-ピリジニレン、5,2-ピリジニレン、2,5-ピリミジニレン、5,2-ピリミジニレン、2,5-ピラジニレン、5,2-ピラジニレン、3,6-ピリダジニレン等が好適である。置換基としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、あるいはシアノ基が好適である。1,4-シクロヘキシレン基で代表されるものは、1,4-シクロヘキシレン、2,5-テトラヒドロピラニレン、2,5-ジオキサニレン、1,3-ジチアニレン等が好適である。

【0025】本発明の化合物中、実際に好適に使用できる化合物の骨格構造を、以下に例示する。

【0026】

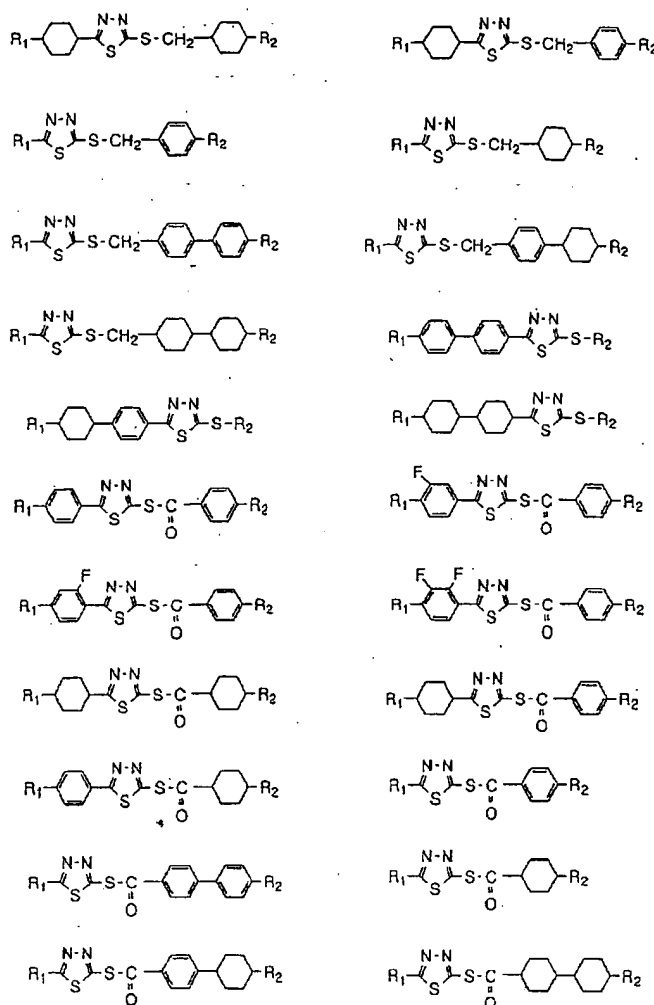
【化10】



R₁, R₂ はそれぞれ炭素数3-15のアルキル基、アルコキシ基を示す。

【0027】

【化11】



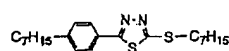
R₁, R₂ はそれぞれ炭素数3-15のアルキル基、アルコキシ基を示す。

【0028】

【発明の効果】本発明の化合物の特徴、優秀性を示す目的で以下の比較を行う。まず、比較の主体の化合物として化合物1を取り上げる。

【0029】

【化12】



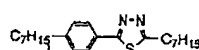
化合物 1

する。

【0031】この化合物は、本発明者らが既に行った先行する特許出願の請求範囲に含まれる物である。(特願平8-3072791)

【0032】

【化13】



比較化合物 A

【0030】比較の対象として、比較化合物Aを対照と相転移温度の比較

化合物1 Cr34 Sc35.6 S_A 50.9 Iso

比較化合物A Cr33(SX11) Sc46.5 S_A 50.7 Is

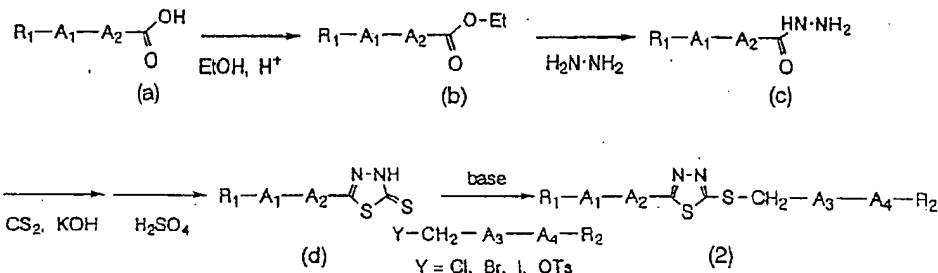
相転移温度の比較を行う。本発明の化合物1は比較化合物Aと比べて、Sc相の上限温度が約10℃低下している。しかし、その低下のデメリットを補って余りある優れた特性がある。それは、高次の液晶相が発現しない点である。強誘電性液晶表示は通常Sc*相を使用して行

【0033】

われる。しかし、高次相でも、SF*、SI*等の相であれば強誘電性液晶表示は可能である。しかし、それらの相での応答は非常に遅いので、実用的ではない。実際の表示素子用に使用する組成物は、これらの高次相の無い物が好ましい。従って、本発明の化合物は、実用的に

非常に好ましい化合物であるといえる。

【0034】〔化合物の製造法〕次に本発明の化合物の製造例を示す。本発明の一般式(1)で示される化合物のうち、一般式(2)で表される化合物は次の経路で合成できる。すなわち、カルボン酸(a)をエタノールなどの低級アルコール類でエステル化し(b)、このものに抱水ヒドラジンを反応させ、対応するヒドラジド(c)とする。(c)に水酸化カリウムなどの塩基の存在下、二硫化炭素を反応させ、これにより得られたもの



【0036】また、(d)を過酸化水素水などで酸化して対応するジスルフィド(e)として、このものをトリフェニルホスフィンとジエチルアゾジカルボキシレート

を、硫酸で処理して、5-置換-1, 3, 4-チアジアゾリン-2-チオン(d)が得られる。(d)を水素化ナトリウムなどの塩基を用いて、ハロゲン化アルキルあるいはアルキルスルホネート等のアルキル化剤によりチオエーテル化することで一般式(2)で表される化合物が得られる。

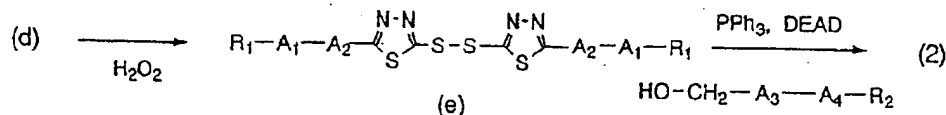
【0035】

【化14】

である一般式(2)で表される化合物を得ることもできる。

【0037】

【化15】

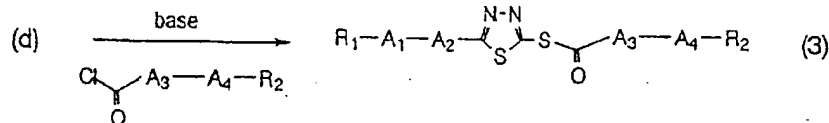


【0038】本発明の一般式(1)で示される化合物のうち、一般式(3)で表されるチオエステル化合物は次の経路で合成できる。すなわち、(d)に塩基性溶媒下、カルボン酸クロライドを作用させ対応するチオエス

テル類を得ることができる。この際、塩基性溶媒としてはピリジン、トリエチルアミン等が好適に使用できる。

【0039】

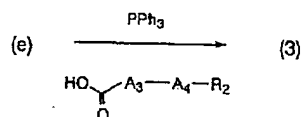
【化16】



【0040】また、ジスルフィド(e)をトリフェニルホスフィンの存在下、カルボン酸類と反応させることにより一般式(3)で表される化合物を得ることもできる。

【0041】

【化17】



【0042】実施例1

化合物2の製造は以下のように行った。2-(4-n-ヘプチルフェニル)-5-(n-オクチルチオ)-1,

3,4-チアジアゾール(化合物2)の製造:

(第1段階)

4-n-ヘプチルベンゾヒドラジドの製造: 4-ヘプチル安息香酸エチルエステル100gにエタノール100mlを加え、含水ヒドラジン80gを滴下し、4時間加熱還流した。反応液を氷水に注ぎ込み、析出した結晶をろ取り、水で洗浄した。風乾した後、エタノールを用いて再結晶を行い70gの4-n-ヘプチルベンゾヒドラジドを得た。このものの融点は91℃であった。

(第2段階)

5-(4-n-ヘプチルフェニル)-1, 3, 4-チアジアゾリン-2-チオンの製造: 4-n-ヘプチルベンゾヒドラジド15g、二硫化炭素7.3gのエタノール100ml溶液に水酸化カリウム10.6gをエタノール150mlに溶かした溶液を滴下し、室温で4時間かくはんした。ジエチルエーテル100mlを加え1時間さらにかくはんし、析出した結晶をろ取り、真空乾燥

した。このものを5℃以下に冷却した硫酸250mlに溶かし、1時間かくはんした。水中に反応液を注ぎ込み、析出した結晶をろ取し、水で洗浄した。1日風乾した後、クロロホルム：メタノール=9：1を展開溶媒とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、さらにエタノールを用いて再結晶して5-(4-n-ヘプチルフェニル)-1, 3, 4-チアジアゾリン-2-チオンを25g得た。このものの融点は141.6~143.6℃であった。

(第3段階)

2-(4-n-ヘプチルフェニル)-5-(n-オクチルチオ)-1, 3, 4-チアジアゾールの製造：5-(4-n-ヘプチルフェニル)-1, 3, 4-チアジアゾリン-2-チオン0.5gのテトラヒドロフラン5ml溶液に水素化ナトリウム0.08gを加え30分加熱還流した。室温まで放冷して、ヨウ化オクチル0.45gを加え、再度2時間還流した。反応液に水を加え、クロロホルムで抽出し、有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した。有機層を濃縮し、残査をクロロホルムを展開溶媒とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、さらにエタノールをもちいて2回再結晶して、2-(4-n-ヘプチルフェニル)-5-(n-オクチルチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール0.2g得た。このものの転移点は化合物2の表示の右隣に示

した。

【0043】実施例2

化合物18の合成は以下のように行った。

2-(4-n-プロピルシクロヘキシル)-1, 3, 4-チアジアゾ-2-イル(4-n-ヘプチル)チオベンゾエート(化合物18)の製造：5-(4-n-プロピルシクロヘキシル)-1, 3, 4-チアジアゾリン-2-チオン0.5g、ピリジン1ml、トルエン3ml、ジメチルアミノピリジン0.05gの溶液に4-ヘプチル安息香酸クロライド0.44gを滴下した。室温で2時間かくはんした後、70℃で5時間かくはんした。反応液を水に注ぎ込み、クロロホルムで抽出し、有機層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した。有機層を濃縮し、残査をクロロホルムを展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、さらにエタノールを用いて2回再結晶して2-(4-n-プロピルシクロヘキシル)-1, 3, 4-チアジアゾ-2-イル(4-n-ヘプチル)チオベンゾエート0.05gを得た。このものの融点は化合物18の右に示した。

【0044】一般式(2)および(3)で表される化合物1から化合物18までを製造した。化合物の構造と相転移点を[化18]及び[化19]に示す。

【0045】

【化18】

化合物1		Cr 34 Sc 35.6 SA 50.9 Iso
化合物2		Cr 33 Sc 56.5 Iso
化合物3		Cr 41 Sc 57 Iso
化合物4		Cr 53 (Sc 41 Ne 49.1) Iso
化合物5		Cr 20 Iso
化合物6		Cr 78 (SX 64) Ne 79.5 Iso
化合物7		Cr 83 (S2 80.4) S1 90.8 Ne 103.6 Iso
化合物8		Cr 52 SX 65 Sc 84 Iso
化合物9		Cr 63.2 SX 65 Sc 111.8 Iso
化合物10		Cr 109 Ne 120.1 Iso
化合物11		Cr 72 Iso
化合物12		Cr 70 SX 91 Iso

【0046】

【化19】

化合物13		Cr 21 Iso
化合物14		Cr 25 (SX 24.6) Iso
化合物15		Cr 95 SX 119.8 Iso
化合物16		Cr 63 SX 113.2 Iso
化合物17		Cr -11 SX 153.4 SA 167.1 Iso
化合物18		Cr 29 Iso

【0047】実施例3

実施例において、各種の物性値の測定は次の方法で行っ

た。

相転移温度：試料をスライドガラスに置き、カバーガラ

スで覆ったものをホットプレートに乗せ、偏向顕微鏡下で、 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で昇温して測定した。

融点：示差走査熱量分析(DSC)を用い、 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で昇温して測定した。

自発分極値(Ps)：ソーヤ・タワー法にて測定した。

傾き角(θ)：ホモジニアス配向させたセルに、臨界電場以上の十分高い電場を印加して、らせん構造を消滅させ、さらに極性を反転させ、直交ニコル下における消光位の移動角(2θ に対応)より求めた。

応答時間：配向処理を施した、電極間隔が $2\mu\text{m}$ のセルに各組成物を注入し、 V_{pp} が 10V 、 1kHz の矩形波を印加したときの透過光強度の変化から測定した。

誘電率異方性($\Delta\epsilon$)：事前に容量を測定した垂直配向剤を塗布した電極間隔 $2\mu\text{m}$ のセルとホモジニアス配向処理を施した電極間隔 $2\mu\text{m}$ のセルに、各組成物をそれぞれ注入し、LCRメーターを用いて、 1V 、 10kHz で各々のセルの容量を測定し算出した。

【0048】以下の組成のスメクチック液晶組成物(A)を調製した。

化合物9	35重量%
化合物10	30重量%
化合物1	35重量%

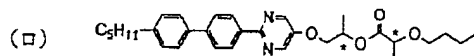
測定温度($^{\circ}\text{C}$)	Ps (nC/cm^2)	θ (deg)	τ (μsec)
70	6.6	32.0	147.0
60	8.0	37.0	199.0
50	10.3	39.6	318.0

【0052】実施例5

実施例3に記載のスメクチック液晶組成物(A)95重量%と、下記の光学活性化合物(イ)5重量%からなる強誘電性液晶組成物(B)を調製した。

【0053】

【化21】



測定温度($^{\circ}\text{C}$)	Ps (nC/cm^2)	θ (deg)	τ (μsec)
70	7.5	29.8	121.0
60	10.1	35.0	176.0
50	14.1	37.4	262.0
40	15.2	39.8	566.0

【0055】実施例6

以下の組成のスメクチック液晶組成物(D)を調製した。

【0056】

【化22】

このスメクチック液晶組成物(A)の相転移温度($^{\circ}\text{C}$)は

Cr42 SG46.5 SC78.1 N85.0 Iso

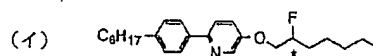
であり、スメクチックC相の上限温度より 20°C 低い温度(58.1°C)での誘電率異方性は -1.21 であった。このように、本発明の化合物で構成された組成物は負の誘電率異方性を示し、強誘電性液晶表示素子として好適に用いることができる。

【0049】実施例4

実施例3に記載のスメクチック液晶組成物(A)95重量%と、下記の光学活性化合物(イ)5重量%からなる強誘電性液晶組成物(B)を調製した。

【0050】

【化20】



【0051】この強誘電性液晶組成物(B)の相転移温度($^{\circ}\text{C}$)は

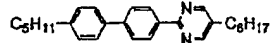
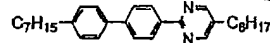
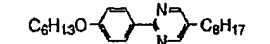
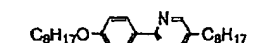
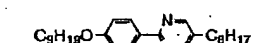
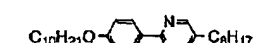
Cr29 SG*43.3 SC*78.0 N*85.1 Iso

であり、強誘電性特性は以下のようであった。

【0054】この強誘電性液晶組成物(C)の相転移温度($^{\circ}\text{C}$)は

Cr25 SG*37.0 SC*74.9 N*84.1 Iso

であり、強誘電性特性は以下のようであった。

化合物 8	20重量%
化合物 4	30重量%
	10重量%
	5重量%
	15重量%
	10重量%
	5重量%
	5重量%

【0057】このスメクチック液晶組成物(D)の相転移温度(℃)は

Cr-9 SC54.6 N73.9 Iso

であり、25℃における、誘電率異方性は-0.52であった。

【0058】実施例7

実施例6に記載のスメクチック液晶組成物(D)95重量%と、光学活性化合物(I)5重量%からなる強誘電性液晶組成物(E)を調製した。この強誘電性液晶組成物(E)の相転移温度(℃)は

Cr-18 SC*57.7 N*74.2 Iso

であり、強誘電性特性は以下のようであった。

測定温度(℃)	Ps (nC/cm ²)	θ (deg)	τ (μsec)
50	6.1	29.8	180.0
40	8.7	32.9	246.0
30	11.1	33.7	364.0
25	11.7	33.7	486.0
20	11.7	34.5	632.0